

DEUTSCHES PATENTAMT



AUSLEGESCHRIFT 1 045 414

F 21268 IVb/12q

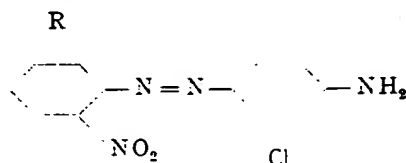
ANMELDETAG: 19. SEPTEMBER 1956

BEKANNTMACHUNG
DER ANMELDUNG
UND AUSGABE DER
AUSLEGESCHRIFT:

4. DEZEMBER 1958

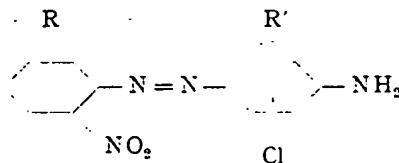
1

Gegenstand der Patentanmeldung F 21079 IVb/12q, Zusatz zum Patent 1 008 310, ist ein Verfahren zur Herstellung fester, haltbarer Diazoniumverbindungen, welches darin besteht, daß man p-Aminoazoverbindungen der allgemeinen Formel



worin R Wasserstoff, ein Halogenatom, eine Alkyl- oder Alkoxygruppe bedeutet, in an sich bekannter Weise diazotiert und anschließend die entstandenen Diazoniumverbindungen in an sich bekannter Weise in fester Form abscheidet. Nach diesem Verfahren erhält man Diazoniumverbindungen, die infolge ihrer guten Löslichkeit und Haltbarkeit mit Vorteil zur Herstellung von unlöslichen Azofarbstoffen auf der Faser Verwendung finden können.

Bei der Weiterverfolgung dieses Erfindungsgedankens wurde nun gefunden, daß man zu Diazoniumverbindungen von ähnlichen wertvollen Eigenschaften gelangt, wenn man p-Aminoazoverbindungen der allgemeinen Formel



worin R Wasserstoff, ein Halogenatom, eine Alkyl- oder Alkoxygruppe und R' eine Alkyl- oder Alkoxygruppe bedeuten, diazotiert und in an sich bekannter Weise in fester Form abscheidet.

Die neuen Diazoniumverbindungen können in bekannten Formen, beispielsweise als Diazoniumsulfate, Diazoniumchlorid-Chlorzinkdoppelsalze oder Diazoniumborfluoride abgeschieden werden. Sie sind in Wasser gut löslich und besitzen eine sehr gute Haltbarkeit. Der besondere technische Wert und die Beständigkeit der Verbindungen ist nicht von der Art ihrer Abscheidung abhängig, sondern durch die besondere Wirkung des Chloratoms bedingt, die auch bei Eintritt einer Alkyl- oder Alkoxygruppe erhalten bleibt.

Die neuen Verbindungen können, mit den gebräuchlichen Einstellmitteln vermischt, zu haltbaren Farbsalzen verarbeitet werden, die zur Herstellung von unlöslichen Azofarbstoffen auf der Faser Verwendung finden können.

Verfahren zur Herstellung von festen, haltbaren Diazoniumverbindungen

Zusatz zur Zusatzpatentanmeldung F 21079 IVb/12q
(Auslegeschrift 1 040 562)

Anmelder:

Farbwerke Hoechst Aktiengesellschaft
vormals Meister Lucius & Brüning,
Frankfurt/M., Brüningstr. 45

Dr. Herbert Kracker, Offenbach/M.,
und Dr. Ulrich Dreyer, Offenbach/M.-Bürgel,
sind als Erfinder genannt worden

2

Die als Ausgangsmaterial für das vorliegende Verfahren dienenden, in der Literatur noch nicht beschriebenen p-Aminoazoverbindungen können nach bekannten Methoden erhalten werden, beispielsweise durch Kuppeln von diazotierten o-Nitranilin oder dessen durch ein Halogenatom, eine Alkyl- oder Alkoxygruppe substituierten Derivaten mit durch eine Alkyl- oder Alkoxygruppe substituierten Chloranilin-N-methansulfonsäuren, die in p-Stellung zur Amino-Gruppe keinen Substituenten enthalten, und anschließende Abspaltung der Methansulfonsäuregruppe.

Beispiel

30.7 Gewichtsteile 4-Amino-2-chlor-5-methoxy-2'-nitro-1,1'-azobenzol (Schmelzpunkt 222° C), erhältlich durch Kuppeln von diazotiertem o-Nitranilin mit 4-Chlor-2-anisidin-N-methansulfonsäure und anschließende hydrolytische Abspaltung der Methansulfonsäuregruppe, werden mit 7 Gewichtsteilen Natriumnitrit in der üblichen Weise in überschüssiger verdünnter Salzsäure diazotiert. Nach Verdünnen der Lösung mit 35° C warmen Wassers auf 3000 Volumteile und Abtrennung geringer Mengen unlöslicher Nebenprodukte durch Filtration wird durch Zugabe von 10 Gewichtsteilen 96%iger Schwefelsäure und 500 Gewichtsteilen Natriumbisulfat das saure Diazoniumsulfat der Aminoazoverbindung in Form gelblicher, nadelförmiger Kristalle abgeschieden. Der kristalline Niederschlag wird abgesaugt und bei mäßiger Temperatur getrocknet. Das so erhaltene Produkt ist in Wasser gut löslich und weist bei

3

Temperaturen bis zu 40° C eine sehr gute Haltbarkeit auf.

In derselben Weise lassen sich die nachstehenden Aminoazoverbindungen in guter Ausbeute in ihre Diazoniumverbindungen überführen, die in bekannter Weise abgeschieden, ebenfalls eine sehr gute Haltbarkeit besitzen:

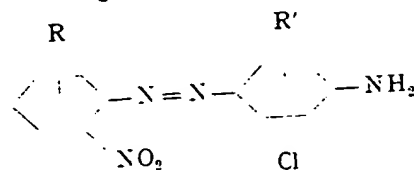
- 4-Amino-3-chlor-6-methyl-2'-nitro-1,1'-azobenzol (Schmelzpunkt 131° C),
- 4-Amino-3-chlor-4',6-dimethyl-2'-nitro-1,1'-azobenzol (Schmelzpunkt 175° C),
- 4-Amino-2-chlor-5-methoxy-4'-methyl-2'-nitro-1,1'-azobenzol (Schmelzpunkt 219° C),
- 4-Amino-2,4'-dichlor-5-methoxy-2'-nitro-1,1'-azobenzol (Schmelzpunkt 224° C).

PATENTANSPRUCH:

Abänderung des Verfahrens zur Herstellung von festen, haltbaren Diazoniumverbindungen gemäß

4

Patentanmeldung F 21079 IV'b/12q, dadurch gekennzeichnet, daß man hier p-Aminoazoverbindungen der allgemeinen Formel



worin R Wasserstoff, ein Halogenatom, eine Alkyl- oder Alkoxygruppe und R' eine Alkyl- oder Alkoxygruppe bedeuten, in an sich bekannter Weise diazotiert und anschließend die entstandenen Diazoniumverbindungen in an sich bekannter Weise in fester Form abscheidet.

In Betracht gezogene Druckschriften:
USA.-Patentschrift Nr. 2 633 461.